

(12) МЕЖДУНАРОДНАЯ ЗАЯВКА, ОПУБЛИКОВАННАЯ В СООТВЕТСТВИИ С
ДОГОВОРОМ О ПАТЕНТНОЙ КООПЕРАЦИИ (РСТ)

(19) ВСЕМИРНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ
Международное бюро



(43) Дата международной публикации:
10 мая 2001 (10.05.2001)

(10) Номер международной публикации:
WO 01/32966 A1

(51) Международная патентная классификация⁷: C30B
29/06, 25/00, 25/14, 25/18, C23C 16/453

(74) Агент: ПАТЕНТНО-ПРАВОВАЯ ФИРМА «ЮС»;
103009 Москва, а/я 184 (RU) [PATENT LAW
FIRM «JUS», Moscow (RU)].

(21) Номер международной заявки: PCT/RU00/00423

(81) Указанные государства (национально): AL, AM,
AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN,
CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GE, HU, IL, IS,
JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU,
LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT,
RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, TJ, TM, TR, TT, UA,
UG, US, UZ, VN.

(22) Дата международной подачи:
26 октября 2000 (26.10.2000)

(84) Указанные государства (регионально): ARIPO
патент (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ,
TZ, UG, ZW), евразийский патент (AM, AZ, BY,
KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), европейский патент
(AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE,
IT, LU, MC, NL, PT, SE), патент OAPI (BF, BJ, CF,
CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD,
TG).

(25) Язык подачи: русский

(26) Язык публикации: русский

Опубликована

С отчётом о международном поиске.

До истечения срока для изменения формулы
изобретения и с повторной публикацией в случае
получения изменений.

(30) Данные о приоритете:
99123011 2 ноября 1999 (02.11.1999) RU

(71) Заявитель (для всех указанных государств, кроме
(US): ЗАКРЫТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕ-
СТВО «ПАНДШЕР-ХОЛДИНГ» [RU/RU]; 113208
Москва, Сумской пр-д, д. 8, корп. 3 (RU) [ZAK-
RYTOE AKTSIONERNOE OBSHESTVO «PAN-
DZHSHER-KHOLDING», Moscow (RU)].

(72) Изобретатели;

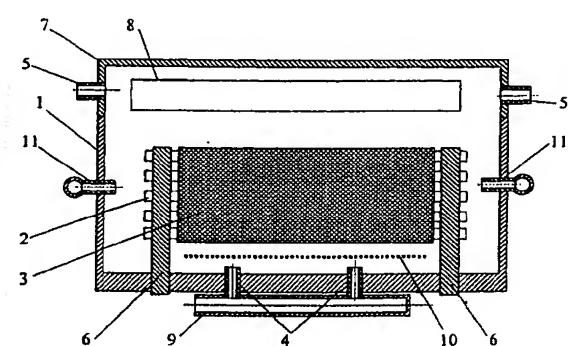
(75) Изобретатели/Заявители (только для (US)): ДОБРО-
ВЕНСКИЙ Владимир Вениаминович [RU/RU];
115583 Москва, Ореховый бульвар, д. 20/2, кв. 146
(RU) [DOBROVINSKY, Vladimir Veniaminovich,
Moscow (RU)]. КАНАТАЕВ Юрий Алексеевич
[RU/RU]; 113208 Москва, Сумской пр-д, д. 8, корп.
3, кв. 36 (RU) [KANATAEV, Jury Alexeevich,
Moscow (RU)]. ЮЛИН Михаил Константинович
[RU/RU]; 113208 Москва, Сумской пр-д, д. 8, корп.
3, кв. 8 (RU) [JULIN, Mikhail Konstantinovich,
Moscow (RU)].

В отношении двухбуквенных кодов, кодов языков и других
сокращений см. «Пояснения к кодам и сокращениям»,
публикуемые в начале каждого очередного выпуска Бюл-
летеня РСТ.

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING AN INITIAL POLYCRYSTALLINE SILICON IN THE FORM OF PLATES
HAVING A LARGE SURFACE AND CHAMBER FOR THE PRECIPITATION OF SILICON

(54) Название изобретения: СПОСОБ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ИСХОДНОГО ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО КРЕМНИЯ В
ВИДЕ ПЛАСТИН С БОЛЬШОЙ ПЛОЩАДЬЮ ПОВЕРХНОСТИ И КАМЕРА ДЛЯ ОСАЖДЕНИЯ КРЕМНИЯ

(57) Abstract: The method includes disposing a flat substrate in the chamber, supplying a flow of steam or steam-gas mixture along the flat surface of the substrate, heating the flat substrate by mean of the passing flow, precipitating the silicon from steam or steam-gas mixture on the flat surface, drawing the substrate out of the chamber and subsequent treatment. Materials with a specific strength range from 1.10^{-3} Om cm to 50 Om cm are used as a flat substrate. The subsequent treatment consists of cutting the precipitated silicon off the flat substrate. The chamber consists of a body, holders for the flat substrates placed within the body in a way making it possible to place the flat substrates in horizontal rows, a nozzle supplying steam or a steam-gas mixture into the space between the rows and a nipple for the evacuation of steam or steam-gas mixture. Electrical supply lines are connected to the holders. The nozzles supplying steam or a steam-gas mixture are placed on the side of a wall of the body facing the longitudinal side of the flat substrate. The number of nozzles should not be less than two for each space between the horizontal rows.



[Продолжение на след. странице]

WO 01/32966 A1



(57) Реферат:

Способ включает размещение плоской основы в камере, подачу потока пара или паро-газовой смеси вдоль поверхности плоской основы, нагревание плоской основы протекающим током, осаждение на плоскую основу кремния из пара или паро-газовой смеси, извлечение плоской основы с кремнием из камеры, последующую обработку. В качестве плоской основы используют материалы с удельным сопротивлением в интервале от $1 \cdot 10^{-3}$ Ом·см до 50 Ом·см, а последующую обработку производят срезанием осажденного кремния с плоской основы.

Камера имеет корпус, держатели для плоских основ, установленные в корпусе с возможностью размещения плоских основ горизонтальными рядами, сопла для подачи пара или паро-газовой смеси в пространство между рядами плоских основ, штуцер для вывода пара или паро-газовой смеси. Введены токоподводы, подсоединеные к держателям. Сопла для подачи пара или паро-газовой смеси установлены со стороны стенки корпуса, обращенной к длинной стороне плоской основы. Количество сопел выбрано не меньше двух для каждого промежутка между горизонтальными рядами.

**СПОСОБ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ИСХОДНОГО
ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО КРЕМНИЯ В ВИДЕ ПЛАСТИН С
БОЛЬШОЙ ПЛОЩАДЬЮ ПОВЕРХНОСТИ И КАМЕРА ДЛЯ
ОСАЖДЕНИЯ КРЕМНИЯ**

5

Область техники

Изобретение относится к области получения полупроводниковых материалов и может быть использовано для производства исходного поликристаллического кремния в процессе его осаждения из пара или паро-газовой фазы на нагретые основы.

10

Предшествующий уровень техники

Известны различные способы получения исходного кремния, включающие размещение основы в камере, нагревание основы проходящим током, подачу потока паро-газовой смеси вдоль поверхности основы, осаждение на основу кремния из паро-газовой смеси, извлечение основы с кремнием из камеры (DE, A, 2854707), (JP, A, 52-21453), (US, A, 4125643).

В этих способах в качестве основы для осаждения используют кремниевые стержни.

Известен способ изготовления исходного поликристаллического кремния в виде пластин, включающий размещение плоской основы в камере, подачу потока пара моносилана или паро-газовой смеси трихлорсилана и водорода вдоль поверхности плоской основы, нагревание плоской основы протекающим током, осаждение на плоскую основу кремния из пара или паро-газовой смеси, извлечение плоской основы с кремнием из камеры, последующую обработку (DE, A, 2541284).

25

Согласно способу получают исходный поликристаллический кремний осаждением на нагретые кремниевые основы в процессе водородного восстановления хлорсиланов или в процессе разложения моносилана. Основами являются кремниевые пластины шириной от 3,0 до 10,0 см, длиной до 120 см и толщиной от 0,1 до 0,5 см. Преимуществом этого способа по

сравнению с предыдущими является некоторое увеличение скорости осаждения кремния.

Ограничениями способа являются: трудность получения широких кремниевых пластин – плоских основ для ведения процессов водородного восстановления кремния с высокой производительностью, необходимость применения стартового разогрева основ с высоким удельным сопротивлением.

Используемое в этом техническом решении устройство имеет кремниевые пластины, в пространство между которыми через сопло, установленное с узкой стороны плоских основ, подают поток пара или паро-газовой смеси. Такое устройство имеет низкую производительность, обусловленную преимущественно малой площадью плоской основы.

Наиболее близким устройством для заявленного является камера, содержащая корпус, держатели для плоских основ, установленные в корпусе с возможностью размещения плоских основ горизонтальными рядами, сопла для подачи газовой смеси в пространство между рядами плоских основ, штуцер для вывода пара или паро-газовой смеси (GB, A, 1560982).

Однако эта камера предназначена для эпитаксиального наращивания слоя кремния и не служит для получения поликристаллического исходного кремния. Для нагревания плоских основ используется наружный ВЧ индуктор, а ряд сопел установлен только со стороны стенок корпуса камеры, обращенных к коротким сторонам плоских основ. Кроме того, камера имеет один электродвигатель для поворота плоских основ и другой электродвигатель для поворота сопел, что усложняет конструкцию.

Раскрытие изобретения

В основу настоящего изобретения поставлена задача повысить производительность и рентабельность производства исходного поликристаллического кремния, а также снизить стоимость и трудоемкость получения широких основ для получения кремния.

Технический результат, который может быть получен при осуществлении заявленного способа, - упрощение процесса водородного восстановления, увеличение ширины плоских основ и количества получаемого исходного кремния, а также сокращение времени процесса и снижение расхода электроэнергии.

Технический результат, который может быть получен при выполнении заявленного устройства, - улучшение технико-эксплуатационных характеристик и упрощение конструкции.

Поставленная задача решается тем, что в известном способе изготовления исходного поликристаллического кремния в виде пластин, включающем размещение плоской основы в камере, подачу потока пара моносилана или паро-газовой смеси трихлорсилана и водорода вдоль поверхности плоской основы, нагревание плоской основы протекающим током, осаждение на плоскую основу кремния из пара или паро-газовой смеси, извлечение плоской основы с кремнием из камеры, последующую обработку, согласно изобретению в качестве плоской основы используют материалы, химически инертные к пару или паро-газовой смеси, с удельным сопротивлением в интервале от $1 \cdot 10^{-3}$ Ом·см до 50 Ом·см, а последующую обработку производят срезанием осажденного кремния с плоской основы.

Таким образом, плоские кремниевые основы изготавливают путем срезания пластин с осажденного поликремния, а основы для многократного осаждения кремния без стартового разогрева изготавливают в виде плоских пластин или полос необходимой ширины из химически нейтральных к газовой смеси материалов, которые могут применяться свыше 10 и более раз.

Возможны дополнительные варианты осуществления способа, в которых целесообразно, чтобы:

- в качестве плоской основы использовали графит;
- в качестве плоской основы использовали спрессованный и спеченный углеродный композитный материал, состоящий из 60 - 80 % вес. по-

рошка мелкозернистого графита с добавлением 20 - 40 % вес. двуокиси кремния;

- в качестве плоской основы использовали кермет – спеченный композиционный материал, состоящий из 70 - 90 % вес. окиси алюминия (Al₂O₃) и 10 – 30 % вес. железа или никеля;

5 - в качестве плоской основы использовали проводящее кварцевое стекло, состоящее из 90 - 70% вес. окиси кремния и 10 - 30% вес. окиси железа;

10 - в качестве плоской основы использовали углеродную ткань;

10 - в качестве плоской основы использовали кремнеземную ткань с пи-роуглеродным или пирографитовым покрытием;

15 - при размещении плоской основы в камере ее располагали рядами длинной стороной горизонтально, а подачу пара или паро-газовой смеси вдоль поверхности плоской основы производили бы, по меньшей мере, двумя потоками для каждого промежутка ряда со стороны стенки камеры, обращенной к длинной стороне плоской основы;

20 - подачу пара или паро-газовой смеси вдоль поверхности плоской основы производили, по меньшей мере, двумя потоками для каждого промежутка ряда со стороны стенок камеры, обращенных к коротким сторонам плоской основы.

25 - перед размещением плоской основы в камере ее отжигали при температуре, большей, чем температура нагревания плоской основы при осаждении.

25 - срезание осажденного кремния с плоской основы производили с сохранением на ней слоя осажденного кремния толщиной не менее 2 мм, после чего очищали бы поверхности среза шлифованием, травлением и отмывкой в дейонизованной воде.

Поставленная задача также решается тем, что в известную камеру, содержащую корпус, держатели для плоских основ, установленные в корпу-

се с возможностью размещения плоских основ горизонтальными рядами, сопла для подачи пара или паро-газовой смеси в пространство между рядами плоских основ, штуцер для вывода пара или паро-газовой смеси, согласно изобретению введены токоподводы, подсоединеные к держателям, сопла для подачи пара или паро-газовой смеси установлены со стороны стенки корпуса, обращенной к длинной стороне плоской основы, при этом количество сопел выбрано не меньше двух для каждого промежутка между горизонтальными рядами.

Возможны дополнительные варианты выполнения камеры, в которых целесообразно, чтобы:

- была введена сетка, установленная в корпусе перед выходами сопел;
- были бы введены дополнительные сопла, установленные со стороны стенок корпуса, обращенных к коротким сторонам плоской основы, при этом количество дополнительных сопел было бы выбрано не меньше двух для каждого промежутка между горизонтальными рядами.

Указанные преимущества, а также особенности настоящего изобретения поясняются вариантами ее осуществления со ссылками на прилагаемые фигуры.

Краткое описание чертежей

Фиг. 1 изображает конструкцию камеры (схематично), продольное сечение;

фиг. 2 - то же, что фиг. 1, вид сверху на фиг. 1 без крышки;

фиг. 3 - основу с осажденным кремнием, продольное сечение;

фиг. 4 - то же, что фиг. 3, поперечное сечение.

Лучший вариант осуществления изобретения

Поскольку заявленный способ реализуется в работе устройства, то описание способа приведено при описании функционирования камеры.

Камера (фиг. 1, 2) имеет корпус 1, держатели 2 для плоских основ 3, установленные в корпусе 1 с возможностью размещения плоских основ 3

горизонтальными рядами. Камера также содержит сопла 4 для подачи пара или паро-газовой смеси в пространство между рядами плоских основ 3 и штуцер 5 для вывода пара или паро-газовой смеси. Токоподводы 6 подсоединенны к держателям 2. Сопла 4 установлены со стороны стенки корпуса 1, обращенной к длинной стороне плоской основы 3. Количество сопел 4 выбрано не меньше двух для каждого промежутка между горизонтальными рядами. На фигуре 1 также схематично показаны крышка 7 камеры и выполненное в ней окно 8, трубопровод 9 для подачи пара или паро-газовой смеси к соплам 4.

В корпус 1 может быть введена сетка 10 (фиг. 1), установленная перед выходами сопел 4 для рассеивания потоков пара или паро-газовой смеси.

В конструкцию могут быть введены дополнительные сопла 11, установленные со стороны стенок корпуса 1, обращенных к коротким сторонам плоской основы 3. Количество дополнительных сопел 11 может быть выбрано не меньше двух для каждого промежутка между горизонтальными рядами. Через дополнительные сопла

11 может быть подано от 20 до 40 % вес. от общего количества пара или паро-газовой смеси для улучшения условий их перемешивания.

Устройство работает следующим образом.

После включения тока через токоподводы 6 происходит нагревание плоских основ 3 до температур от 1050 $^{\circ}$ С до 1200 $^{\circ}$ С. После подачи в корпус 1 через сопла 4, а также при их наличии через дополнительные сопла 11, трихлорсилана (Si H Cl₃) и водорода (H₂) происходит осаждение кремния из паро-газовой фазы на плоские основы 3 по реакции: Si H Cl₃ + H₂ = Si + 3 HCl. Размещение сопел 4 со стороны стенки корпуса 1, обращенной к длинной стороне плоской основы 3, позволяет увеличить скорость и количество осажденного кремния. Осаждения кремния из пара моносилана производят на разогретые плоские основы 3 без участия водорода.

В качестве химически нейтральных и проводящих материалов для изготовления плоских основ 3 могут быть использованы углеродные и композитные материалы на основе высокотемпературных окислов с добавлением углерода и металлов. Необходимую проводимость в материалах 5 создают путём изменения состава и температуры спекания композитов. Выбор подходящей величины проводимости необходим и для правильной организации нагрева основы до требуемой температуры.

При большой величине проводимости и большой ширине плоских основ 3 ток для их электронагрева можно ограничить до необходимых пределов лишь путём применения тонких плоских основ 3, прочность которых может оказаться недостаточной. Кроме того, необходимо последовательное 10 включение плоских основ 3 в электрическую цепь, что может привести к нежелательному изменению $\cos \phi$ между фазами. Большие величины токов требуют также применения больших сечений токоподводов 6 и вторичных 15 обмоток трансформаторов. Усложняются системы коммутации и регулирования.

Для проведения процессов осаждения без внесения в осаждаемый материал каких-либо примесей плоские основы из углеродных и композитных материалов предварительно подвергают отжигу в течение часа в вакууме 20 при температурах до 1800 °C.

По окончании процесса водородного восстановления производят удаление с плоских основ 3 полученного материала. Вначале срезают осаждённый кремний 12 с боковых сторон плоской основы 3 (фиг. 3, 4) для создания базовых плоскостей, необходимых для установки плоских основ 3 25 перед последующим срезанием кремния с широких сторон. Затем срезают осажденный материал с широкой стороны плоской основы 3, оставляя загрязнённый диффузией слой толщиной не менее 2 мм. Линии разреза показаны на фиг. 3, 4 пунктиром.

Подготовка к повторной загрузке плоских основ 3 в камеру заканчивается шлифовкой плоскостей среза, травлением и отмыкой деионизованной водой.

Срезанный материал подвергают такой же обработке, после чего его 5 можно использовать в качестве широких плоских кремниевых основ, а также для переплавки в качестве кусковых или мерных загрузок. Для изготовления плоских основ 3 можно использовать различные материалы, химически нейтральные к пару или паро-газовой смеси, с удельным сопротивлением от $1 \cdot 10^{-3}$ Ом·см (10 Ом $\text{мм}^2/\text{м}$) до 50 Ом·см ($2,5 \cdot 10^5$ Ом $\text{мм}^2/\text{м}$).

10 **Пример 1.** В камере водородного восстановления получают исходный поликристаллический кремний в количестве около 400 кг. Осаждение проводят в процессе водородного восстановления кремния на 12-ти нагретых плоских основах 3 (на фиг. 2 схематично показано шесть плоских основ 3), изготовленных из особо чистого графита марки ГМЗ ОСЧ (или ГМЗ – 15 МТ ОСЧ) длиной – 130 см, шириной – 15 см и толщиной - 0,5 см. Длина рабочей части пластин, на которой происходит осаждение, – 120 см.

Удельное сопротивление графита $\rho = 1 \cdot 10^{-3}$ Ом см. При таком низком 20 сопротивлении производят последовательное включение основ с их суммарным сопротивлением около 0,18 Ом. Минимальная толщина плоских основ 3 выбрана на нижнем пределе прочности материала. В процессе нагрева плоских основ 3 до температур восстановления 1100 - 1150°C и осаждения на них кремния сопротивление снижается. В результате ток нагрева повышается почти до 2000 А.

25 Перед началом процесса восстановления открывают крышку 7 корпуса 1 (фиг. 1) и закрепляют плоские основы 3 графита в держателях 2 токо-подводов 6 (фиг. 1, 2) в горизонтальном положении параллельно и на расстоянии 8,0 см. друг от друга. Этим создают благоприятные условия для взаимного подогрева плоских основ 3 и достигают существенной экономии электроэнергии.

После загрузки корпус 1 герметично закрывают крышкой 7, вакуумируют до остаточного давления $(1-2)10^{-2}$ Торр, впускают смесь водорода с паром трихлорсилана (ТХС) и продувают 10 мин. рабочий объём. Процесс восстановления начинают при избыточном давлении смеси около

5 100 Торр и температуре нагрева основ 1050 – 1100° С. В процессе осаждения температуру повышают на 80 - 100° С. ТХС подают в количестве до 8,0 кг на 1,0 кг осаждённого кремния. Водород подают в количестве 4 – 5 m^3 на 1 m^3 ТХС.

После поступления в корпус 1 тяжелые пары трихлорсилана обычно 10 образуют повышенную концентрацию в нижней части камеры. При нижнем расположении плоских основ 3 паро-газовая смесь более равномерно подаётся к их поверхностям с помощью вертикально расположенных сопел 4 и лучше перемешивается. Возрастает время контакта смеси с нагретыми плоскими основами 3, а образующийся хлористый водород поднимается вверх 15 вместе с водородом и удаляется из корпуса 1 камеры через штуцер 5.

При получении 400 кг кремния на каждую плоскую основу 3 осаждают 33,5 кг материала. В конце процесса осаждения ширина плоских основ 3 достигает 21 см. При средней величине поверхности осаждения с двух сторон плоской основы 3 около 5040 см^2 и удельной скорости осаждения 20 поликремния 0,1гр./ cm^2 ·час, время осаждения заданного количества кремния составляет $33500: (5040 \times 0,1) = 66,5$ часа или 2,8 суток. За сутки получают $400/2,8 = 142,8$ кг; за час – 5,9 кг.

В связи с незначительным изменением производительности процесса при малом изменении поверхности плоских основ 3, соотношение компонентов паро-газовой смеси в процессе осаждения не изменяют. Это значительно упрощает технологию.

Вес 1 m^3 пара ТХС равен 6 кг. Поэтому за час подают $1,35m^3 \times 5,9$ кг = 8,0 m^3 пара ТХС и около 35,0 m^3 водорода. По сравнению с известным спосо-

бом, основные технико-эксплуатационные показатели производства улучшаются в 1,5 – 2,0 раза.

По окончании процесса сначала прекращают подачу электроэнергии, а затем подачу пара или паро-газовой смеси. После этого вакуумируют камеру, впускают воздух и производят ее разгрузку.

Осажденный кремний удаляют с плоских основ 3 продольной резкой, например, алмазными пилами. При этом вначале срезают кремний с боковых сторон плоских основ 3, а затем с широких, оставляя не менее 2 мм осаждённого материала с каждой стороны. Перед повторной загрузкой с 10 поверхностей среза плоских основ 3 сошлифовывают по 1,0 мм кремния, после чего производят травление и отмытие в деионизированной воде. Срезанный материал подвергают такой же обработке, после чего дробят на куски перед загрузкой в тигель. Мерные загрузки предварительно разрезают, а затем шлифуют, травят и отмывают.

15 **Пример 2.** В том же устройстве получают 400 кг исходного поликристаллического кремния. Для снижения проводимости осаждение ведут на плоские основы 3 из углеродного композитного материала, состоящего на 60-80% вес. из чистого порошка мелкозернистого графита с добавлением 20-40% вес. чистой двуокиси кремния, спрессованных и спечённых при 20 1600°C. Размеры плоских основ 3: 120 x 30 x 0,6 см. Удельное сопротивление материала плоских основ 3: 0,1-0,3 Ом·см. Это в 200 раз выше чем в примере 1, что позволило значительно увеличить ширину и толщину плоских основ 3. При этом производительность процесса получения кремния возросла почти в 1,8 раза. Предварительную обработку плоских основ 3 и 25 процесс восстановления кремния ведут аналогично примеру 1.

Пример 3. В том же устройстве получают 400 кг исходного поликристаллического кремния. В качестве плоских основ 3 используют пластины, изготовленные из кермета - композиционного материала, состоящего на 70-90% вес. из чистой окиси алюминия (Al_2O_3) и 10 – 30% вес. железа или ни-

кея, спечённых при 1700°С. Применяют плоские основы 3 длиной 120см, шириной 30см и толщиной 0,6 см. Удельное сопротивление материала плоских основ 3: 0,1 – 0,3 Ом·см. Подготовка плоских основ 3, проведение процесса получения кремния и его результаты аналогичны примеру 1.

5 **Пример 4.** В том же устройстве получают 400 кг поликристаллического кремния с использованием в качестве плоских основ 3 пластин из проводящего кварцевого стекла. Применяют плоские основы 3 длиной 120 см, шириной 40 см и толщиной 0,4 см с удельным сопротивлением от 0,1 до 25 Ом ·см. Стёкла состава от 90 до 70% вес. двуокиси кремния и 10-30% вес. окиси железа получают вытягиванием из расплава по обычной технологии для получения технических стёкол. Получение кремния проводят аналогично примеру 1. При ширине плоских основ 3 около 40 см производительность процесса получения кремния, по сравнению с приведенной в примере 1, возросла в 2,3 раза и составляет (при осаждении на 6 плоских 10 основ 3) около 6,0 кг/час или около 160 кг/сутки.

15

10 **Пример 5.** В том же устройстве получают то же количество кремния. Осаждение ведут на углеродную ткань с удельным сопротивлением 0,1 – 10 Ом· см, шириной 70 см. Рабочая длина плоских основ 3 равна 120 см. Подготовку материала к осаждению и процесс осаждения восстановленного 20 кремния ведут аналогично примеру 1. Осаждение ведут на шесть плоских основ 3, включённых по две в каждую фазу трехфазного тока. Площадь поверхности шести основ, в этом случае, больше площади поверхности 12 основ (в примере 1) почти в 2 раза. Поэтому для получения 400 кг кремния достаточно 34-х часов с производительностью около 12 кг/час.

25 **Пример 6.** В том же устройстве получают 400 кг исходного поликристаллического кремния. Для этого в качестве плоских основ 3 используют кремнезёмную ткань с пироуглеродным или пирографитовым покрытием шириной 50 см и с удельным сопротивлением от 25 Ом см до 50 Ом см.

Габариты каждой из шести плоских основ 3 составляют 120 x 50 x 0,08 см.

В этом случае производительность возрастает в 1,45 раза по сравнению с примером 1 и заданное количество кремния получают менее чем за 5 двое суток. Производительность ≥ 200 кг/сутки или 8,6 кг/час.

Промышленная применимость

Наиболее успешно заявленный способ и камера могут быть использованы при получении исходного поликристаллического кремния в виде пластин с большой площадью поверхности.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ изготовления исходного поликристаллического кремния в виде пластин, включающий размещение плоской основы, подачу потока пара моносилана или паро-газовой смеси трихлорсилана и водорода вдоль поверхности плоской основы, нагревание плоской основы протекающим током, осаждение на плоскую основу кремния из пара или паро-газовой смеси, извлечение плоской основы с кремнием из камеры, последующую обработку, отличающийся тем, что в качестве плоской основы используют материалы, химически инертные к пару или к паро-газовой смеси, с удельным сопротивлением в интервале от $1 \cdot 10^{-3}$ Ом·см до 50 Ом·см, а последующую обработку производят срезанием осажденного кремния с плоской основы.
- 10 2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что в качестве плоской основы используют графит.
- 15 3. Способ по п. 1, отличающийся тем, что в качестве плоской основы используют спрессованный и спеченный углеродный композитный материал, состоящий из 60 - 80 % вес. порошка мелкозернистого графита с добавлением 20 - 40 % вес. двуокиси кремния.
- 20 4. Способ по п. 1, отличающийся тем, что в качестве плоской основы используют кермет – спеченный композиционный материал, состоящий из 70 - 90 % вес. окиси алюминия (Al_2O_3) и 10 – 30 % вес. железа или никеля.
5. Способ по п. 1, отличающийся тем, что в качестве плоской основы используют проводящее кварцевое стекло, состоящее из 90 - 70% вес. двуокиси кремния и 10 - 30% вес. окиси железа.
- 25 6. Способ по п. 1, отличающийся тем, что в качестве плоской основы используют углеродную ткань.
7. Способ по п. 1, отличающийся тем, что в качестве плоской основы используют кремнеземную ткань с пироуглеродным или пирографитовым покрытием.

8. Способ по п. 1, отличающийся тем, что при размещении плоской основы в камере ее располагают рядами длинной стороной горизонтально, а подачу пара или паро-газовой смеси вдоль поверхности плоской основы производят, по меньшей мере, двумя потоками для каждого промежутка ряда со стороны стенки камеры, обращенной к длинной стороне плоской основы.

9. Способ по п. 8, отличающийся тем, что подачу пара или паро-газовой смеси вдоль поверхности плоской основы производят, по меньшей мере, двумя потоками для каждого промежутка ряда со стороны стенок камеры, обращенных к коротким сторонам плоской основы.

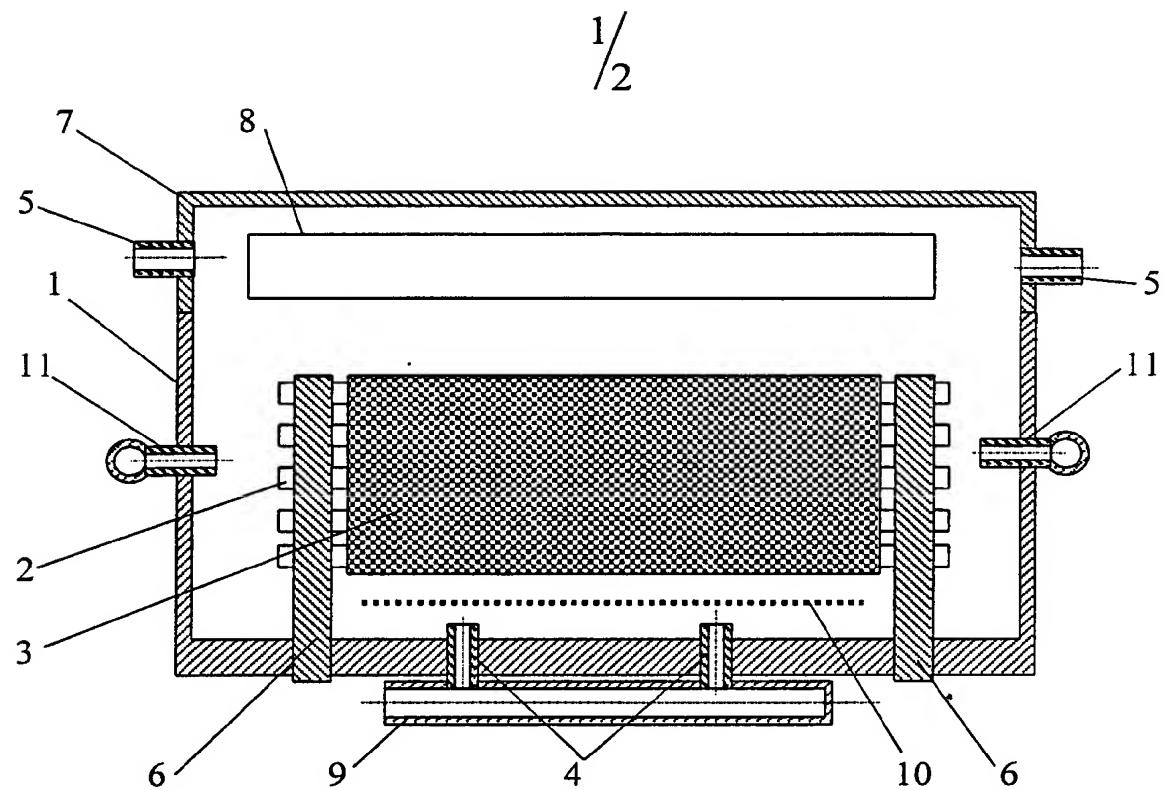
10. Способ по п. 1, отличающийся тем, что перед размещением плоской основы в камере ее отжигают при температуре, большей, чем температура нагревания плоской основы при осаждении.

11. Способ по п. 1, отличающийся тем, что срезание осажденного кремния с плоской основы производят с сохранением на ней слоя осажденного кремния толщиной не менее 2 мм, после чего очищают поверхности среза шлифованием, травлением и отмыvkой в дейонизованной воде.

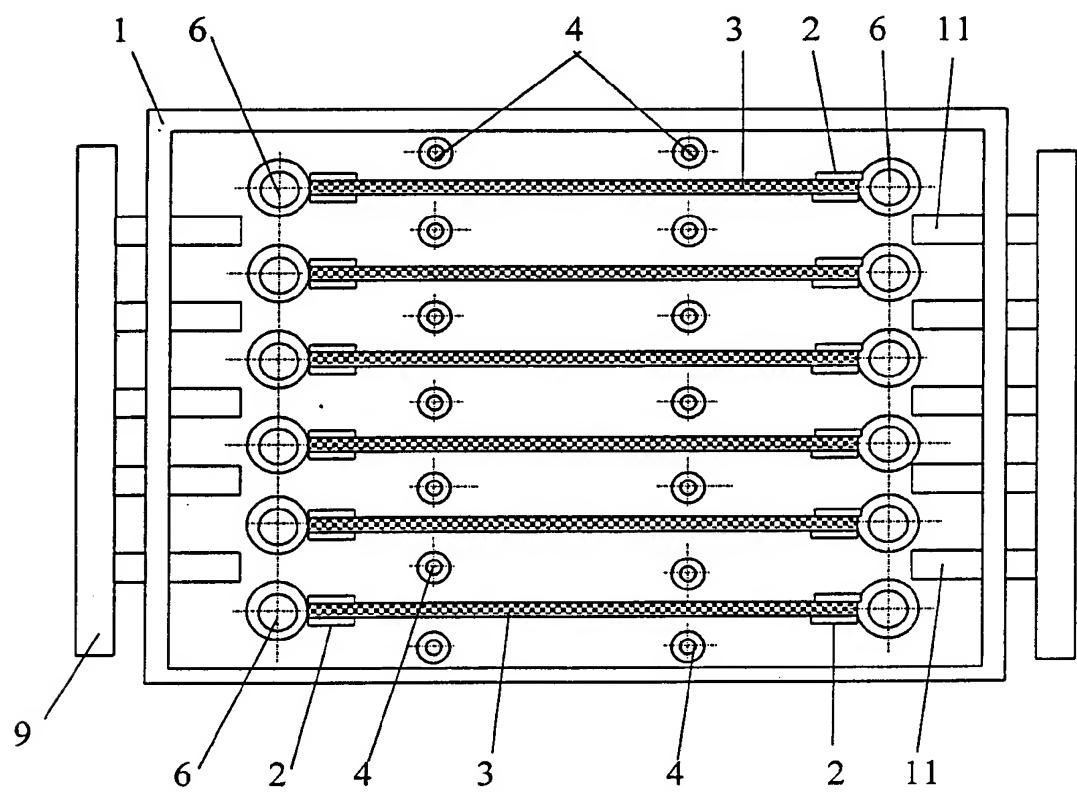
12. Камера, содержащая корпус, держатели для плоских основ, установленные в корпусе с возможностью размещения плоских основ горизонтальными рядами, сопла для подачи пара или паро-газовой смеси в пространство между рядами плоских основ, штуцер для вывода пара или паро-газовой смеси, отличающаяся тем, что введены токоподводы, подсоединеные к держателям, сопла для подачи пара или паро-газовой смеси установлены со стороны стенки корпуса, обращенной к длинной стороне плоской основы, при этом количество сопел выбрано не меньше двух для каждого промежутка между горизонтальными рядами.

13. Камера по п. 12, отличающаяся тем, что введена сетка, установленная в корпусе перед выходами сопел.

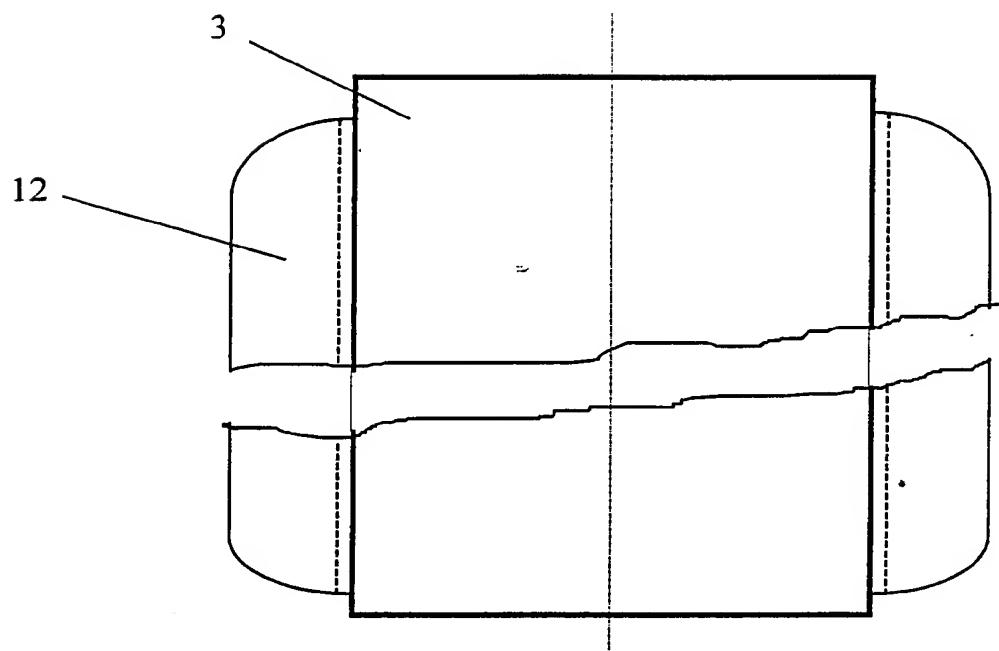
14. Камера по п. 12, отличающаяся тем, что введены дополнительные сопла, установленные со стороны стенок корпуса, обращенных к коротким сторонам плоской основы, при этом количество дополнительных сопел выбрано не меньше двух для каждого промежутка между горизонтальными рядами.



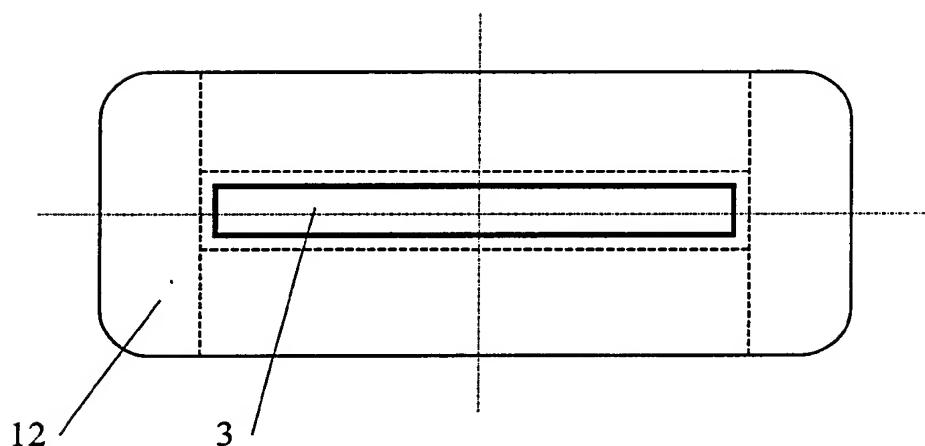
Фиг.1



Фиг.2

2/
2

Фиг.3



Фиг.4

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/RU 00/00423

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC7 C30B 29/06, 25/00, 25/14, 25/18, C23C 16/453

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC7 C30B 29/06, 25/00, 25/02, 25/12, 25/14, 25/18, C01B 33/02, H01L 21/205, 23/14, 29/02, 29/12, C23C 16/453, 16/44

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	DT 2541284 A1 (WACKER-CHEMITRONIC GESELLSCHAFT FUR ELEKTRONIK-GRUNDSTOFFE MBH) 24. 3.1977	1-11
A	GB 1560982 A1 (RCA CORPORATION) 13 Feb. 1980	12-14
A	JP 60253213 A (TOSHIBA MACH CO LTD) 13.12.1985., the abstract	12-14
A	RU 2010043 C1 (NAUCHNO-PROIZVODSTVENNOE OBIEDINENIE "SALYUT"), 30 March 1994 (30.03.94)	1-14

 Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

13 March 2001 (13.03.01)

Date of mailing of the international search report

05 Avril 2001 (05.04.01)

Name and mailing address of the ISA/

Authorized officer

Facsimile No.

R.U.

Telephone No.

ОТЧЕТ О МЕЖДУНАРОДНОМ ПОИСКЕ

Международная заявка №
PCT/RU 00/00423

А. КЛАССИФИКАЦИЯ ПРЕДМЕТА ИЗОБРЕТЕНИЯ:

C30B 29/06, 25/00, 25/14, 25/18, C23C 16/453

Согласно международной патентной классификации (МПК-7)

В. ОБЛАСТИ ПОИСКА:

Проверенный минимум документации (система классификации и индексы) МПК-7:

C30B 29/06, 25/00, 25/02, 25/12, 25/14, 25/18, C01B 33/02, H01L 21/205, 23/14, 29/02, 29/12,
C23C 16/453, 16/44

Другая проверенная документация в той мере, в какой она включена в поисковые подборки:

Электронная база данных, использовавшаяся при поиске (название базы и, если, возможно, поисковые термины):

С. ДОКУМЕНТЫ, СЧИТАЮЩИЕСЯ РЕЛЕВАНТНЫМИ:

Категория*	Ссылки на документы с указанием, где это возможно, релевантных частей	Относится к пункту №
A	DT 2541284 A1 (WACKER-CHEMITRONIC GESELLSCHAFT FUR ELEKTRONIK-GRUNDSTOFFE MBH) 24. 3.1977	1-11
A	GB 1560982 A1 (RCA CORPORATION) 13 Feb. 1980	12-14
A	JP 60253213 A (TOSHIBA MACH CO LTD) 13.12.1985, реферат	12-14
A	RU 2010043 C1 (НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННОЕ ОБЪЕДИНЕНИЕ "САЛЮТ") 30.03.1994	1-14

последующие документы указаны в продолжении графы С.

данные о патентах-аналогах указаны в приложении

* Особые категории ссылочных документов:

А документ, определяющий общий уровень техники

Т более поздний документ, опубликованный после даты

Е более ранний документ, но опубликованный на дату международной подачи или после нее

приоритета и приведенный для понимания изобретения

О документ, относящийся к устному раскрытию, экспонированию и т.д.

Х документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий новизну и изобретательский уровень

Р документ, опубликованный до даты международной подачи, но после даты испрашиваемого приоритета и т.д.

У документ, порочащий изобретательский уровень в сочетании с одним или несколькими документами той же

категории

& документ, являющийся патентом-аналогом

Дата действительного завершения международного поиска: 13 марта 2001 (13.03.2001)

Дата отправки настоящего отчета о международном поиске: 05 апреля 2001 (05.04.2001)

Наименование и адрес Международного поискового органа:
Федеральный институт промышленной
собственности
Россия, 121858, Москва, Бережковская наб., 30-1
Факс: 243-3337, телеграф: 114818 ПОДАЧА

Уполномоченное лицо:

Е. Писарева

Телефон № (095)240-25-91

Форма PCT/ISA/210 (второй лист)(июль 1998)